



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

## PATENTSCHRIFT 145 540

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.<sup>3</sup>

(11) 145 540 (44) 17.12.80 3(51) C 08 G 63/18  
C 08 G 63/74  
(21) WP C 08 G / 214 996 (22) 15.08.79

BEST AVAILABLE COPY

- 
- (71) siehe (72)  
 (72) Janzen, Günter; Thiele, Ulrich, Dipl.-Chem.; Kühnpast, Wolfgang, DD  
 (73) siehe (72)  
 (74) VEB Chemiefaserkombinat Schwarza „Wilhelm Pieck“, 6822 Rudolstadt-Schwarza
- 

- (54) Verfahren und Vorrichtung zum Wiedereinsatz von Dimethylterephthalat-Sublimat
- 

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Abscheidung und Rückgewinnung von Dimethylterephthalat-Sublimat bei der Herstellung von Polyäthylenterephthalat mit herkömmlichen diskontinuierlichen und kontinuierlichen Verfahren. Das beim Aufschmelzen und Zwischenlagern des Dimethylterephthalates anfallende Sublimat wird in einem mit Glykolver schluß versehenem und aus mehreren Kammern bestehenden Sublimatabscheider niedergeschlagen bzw. gelöst; während mitgerissene flüchtige Anteile, z.B. Wasser, in einem nachgeschalteten Wasserabscheider ausgeschleust werden. Bei Chargierung der Reaktionsgefäße wird das Glykol durch den DMT-Sublimatabscheider geleitet und zusammen mit dem DMT in das Reaktionsgefäß dosiert. Der DMT-Sublimatabscheider besteht aus 3 Kammern, wobei die eine äußere Kammer mit einer beheizten Entlüftungsleitung, die andere äußere Kammer mit einer Gemischablaufleitung und die mittlere Kammer mit einer Glykoldosierleitung mit Verteilerteller, einer Inertgasdosierleitung und einer beheizten DMT-Sublimatleitung versehen sind. - Figur -



**214 996**Titel der Erfindung

Verfahren und Vorrichtung zum Wiedereinsatz von Dimethylterephthalat-Sublimat

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Abscheidung und Rückgewinnung von Dimethylterephthalat bei der Polyäthylenterephthalat(PETP)-Herstellung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei den bekannten praktizierten Herstellungsverfahren von PETP wird das Dimethylterephthalat (DMT) aufgeschmolzen, in Vorwärmegefäßen auf die gewünschte Temperatur erhitzt und zwischengelagert. Die einzelnen Gefäßsysteme werden zur Verminderung oxidativer Abbauerscheinungen mit Inertgas, beispielsweise Stickstoff, beschleiert. Durch das über die Entlüftungsleitung entweichende Inertgas wird DMT-Sublimat mitgerissen und in die Atmosphäre abgeführt bzw. das DMT-Sublimat in entsprechenden Gefäßen abgeschieden ("Polyesterfasern", H. Ludewig, Akademie-verlag 1975).

Nachteilig wirkt sich dabei aus, daß das DMT-Sublimat dem Produktionsprozeß verlorenggeht und außerdem bei direkter Abführung in die Atmosphäre zur Umweltverschmutzung führt. Bei Abscheidung des DMT-Sublimates in entsprechenden Gefäßen sind die Möglichkeiten des Wiedereinsatzes nicht gegeben, da durch Abdestillieren und Niederschlagen der im DMT enthaltenen Restfeuchteanteile das DMT-Sublimat zu Verklumpungen und Verkrustungen neigt und somit erschwerte Transport- und Lagerbedingungen auftreten. Durchgeführte Messungen haben ergeben, daß der DMT-Verlustan-

teil bis 0,2 %, bezogen auf die eingesetzte DMT-Menge, betragen kann. Unabhängig von den aufgetretenen hohen Materialverlusten sind Aufwendungen zur umweltfreundlichen Beseitigung der abgetrennten DMT-Sublimatmengen erforderlich. Außerdem tritt bei direkter Abführung der Sublimatentlüftungsleitungen in die Atmosphäre ein sehr hoher Verbrauch an Inertgas auf.

### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, ein Verfahren mit Vorrichtung zur Abscheidung und Rückgewinnung von DMT-Sublimat bei der Polyäthylenterephthalatherstellung zu entwickeln.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren mit Vorrichtung zu entwickeln, welches einen vollständigen Wiedereinsatz von DMT-Sublimat bei geringem apparativen und manuellen Aufwand gewährleistet und einfach auf bestehende Polyesteranlagen anwendbar und übertragbar ist. Es wurde gefunden, daß das beim Aufschmelzen bzw. Zwischenlagern des DMT anfallende Sublimat in einem mit einem Glykolverschluß versehenen DMT-Sublimatabscheider niedergeschlagen und dem Produktionsprozeß wieder zugeführt wird. Der DMT-Sublimatabscheider wird in der Form betrieben, daß in der mittleren von drei Kammern durch den Inertgasstrom ein Druck  $> 1000$  Pa erzeugt, und das für die Umesterung benötigte Frischglykol durch den Sublimatabscheider geführt sowie gemeinsam mit dem in Lösung bzw. Suspension befindlichen DMT-Sublimat in das Reaktionssystem chargiert wird. Das als Sperrflüssigkeit verwendete Glykol besitzt eine Temperatur von  $20 - 160$  °C, vorzugsweise  $110 - 130$  °C. Die mit dem Inertgasstrom mitgerissenen flüchtigen Anteile werden in einem Wasserabscheider niedergeschlagen.

Der im Sublimatabscheider eingeleitete Inertgasstrom wird gleichzeitig für die Beschleierung der DMT- und Glykolsysteme verwendet. Das durch den Sublimatabscheider gepumpte Frischglykol besitzt eine Temperatur von  $70 - 120$  °C.

Der Sublimatabscheider<sup>3</sup> besteht aus drei Kammern 4, 5, 6, wobei die Kammer 5 mit einer teilweise beheizten Entlüftungsleitung 13 und nachgeschaltetem Wasserabscheider 9, die Kammer 4 mit einer Glykoldosierleitung 12 mit Verteilerteller 7, einer Inertgasdosierleitung 11 und einer beheizten DMT-Sublimatleitung 10 und die Kammer 6 mit einer Gemischablaufleitung 14 versehen sind.

### Ausführungsbeispiel

#### Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel entsprechend Stand der Technik)

Das aufgeschmolzene und in die Umesterung einzuspeisende DMT wird in einem Vorwärmgefäß zwischengelagert. Die Vorwärmtemperatur des DMT beträgt  $170^{\circ}\text{C}$ . Zur Vermeidung einer thermooxidativen Schädigung des aufgeschmolzenen DMT wird das Vorwärmgefäß mit einem Inertgasstrom beschleiert.

Da bei einer Schmelzetemperatur über  $160^{\circ}\text{C}$  bereits eine hohe Sublimationsneigung des DMT auftritt, wird eine beträchtliche DMT-Sublimatmenge über die Entlüftungsleitung ins Freie abgeführt. Bei einer Schmelzetemperatur von  $170^{\circ}\text{C}$  und bei einem Inertgasstrom von  $2\text{ m}^3/\text{h}$  bzw. beim Entleeren des Vorwärmgefäßes von  $9\text{ m}^3/\text{h}$  tritt eine Sublimatmenge von  $0,2\%$ , bezogen auf die eingesetzte DMT-Menge auf.

#### Beispiel 2

Zur Vermeidung der relativ hohen DMT-Verluste wird die beheizte DMT-Sublimatleitung 10 des DMT-Vorwärmgefäßes 2 in einen DMT-Sublimatabscheider 3 eingebunden. Zur vollständigen Abscheidung des DMT ist der mit Glykol als Sperrflüssigkeit gefüllte DMT-Sublimatabscheider<sup>3</sup> in drei Kammersysteme aufgeteilt, wobei die Glykoldosierleitung 12 in die mittlere Kammer 4 installiert ist. Der in die gleiche Kammer 4 über die Inertgasdosierleitung 11 eingeleitete Inertgasstrom bewirkt einen Druck von  $1500\text{ Pa}$ . Zur laufenden und vollständigen Abspülung des DMT-Sublimats an den Kammerwänden wird der Frischglykolstrom über einen Verteilerteller 7 geführt.

Das in Suspension bzw. in Lösung befindliche DMT-Sublimat wird mit dem Glykol direkt über die Gemischablaufleitung 14 in das Reaktionssystem bei der Chargierung abgeführt.

Über die in Kammer 5 des DMT-Sublimatabscheiders<sup>3</sup> befindliche Entlüftungsleitung 13 und dem Wasserabscheider 9 ist der Glykolvorwärmer<sup>1</sup> mit dem DMT-System verbunden, so daß eine zusätzliche Inertgasbeschleierung der Glykolbehälters<sup>1</sup> entfallen kann.

Durch Beheizung der Glykolsperrflüssigkeit im DMT-Sublimatabscheider<sup>3</sup> auf eine Temperatur von 110 °C wird das mit dem DMT-Sublimat aus dem Vorwärmgefäß<sup>2</sup> entweichende Wasser im Wasserabscheider 9 niedergeschlagen.

214 996

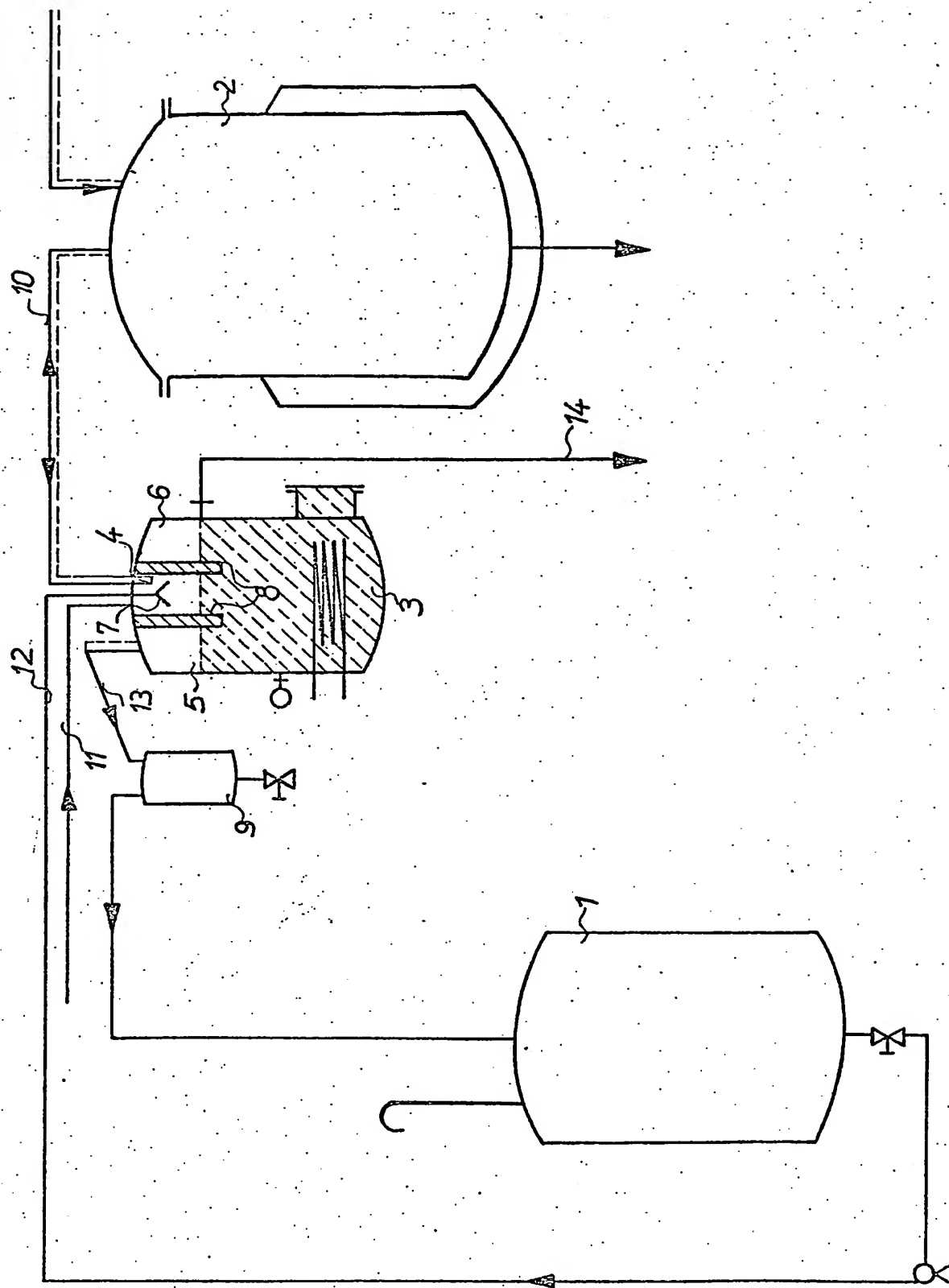
Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zum Wiedereinsatz von Dimethylterephthalat (DMT)-Sublimat bei der Polyäthylenterephthalatherstellung, gekennzeichnet dadurch, daß das beim Aufschmelzen bzw. Zwischenlagern des DMT anfallende Sublimat in einem mit einem Glykolver schluß versehenen DMT-Sublimatabscheider niedergeschlagen und der DMT-Sublimatabscheider in der Form betrieben wird, daß in der mittleren von drei Kammern durch den Inertgasstrom ein Druck  $> 1000 \text{ Pa}$  erzeugt, das für die Umesterung benötigte Frischglykol durch den DMT-Sublimatabscheider geführt sowie gemeinsam mit dem in Lösung bzw. Suspension befindlichen DMT-Sublimat in das Reaktionssystem chargiert wird, das als Sperrflüssigkeit verwendete Glykol eine Temperatur von  $20 - 160^\circ\text{C}$ , vorzugsweise  $110 - 130^\circ\text{C}$ , besitzt und die mit dem Inertgasstrom mitgerissenen flüchtigen Anteile in einem Wasserabscheider niedergeschlagen werden.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der in den DMT-Sublimatabscheider eingeleitete Inertgasstrom gleichzeitig für die Beschleierung der DMT- und Glykolsysteme verwendet wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß das durch den Abscheider gepumpte Frischglykol eine Temperatur von  $70 - 120^\circ\text{C}$  besitzt.
4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Punkten 1 - 3, gekennzeichnet dadurch, daß der DMT-Sublimatabscheider (3) aus drei Kammern (4, 5, 6) besteht, wobei die Kammer (5) mit einer teilweise beheizten Entlüftungslei-

tung (13) und nachgeschaltetem Wasserabscheider (9), die Kammer (4) mit einer Glykoldosierleitung (12) mit Verteilerteller (7), einer Inertgasdosierleitung (11) und einer beheizten DMT-Sublimatleitung (10) und die Kammer (6) mit einer Gemischablaufleitung (14) versehen sind.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen.





**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKewed/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**